

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 05117066
PUBLICATION DATE : 14-05-93

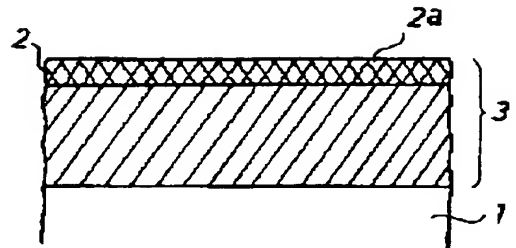
APPLICATION DATE : 23-10-91
APPLICATION NUMBER : 03275641

APPLICANT : ISHIKAWAJIMA HARIMA HEAVY IND
CO LTD;

INVENTOR : TOMIZAWA YUKIO;

INT.CL. : C04B 41/90 B22F 1/00 C04B 35/52
C04B 41/89 C23C 10/02 C23C 10/44
C23C 10/60 C23D 3/00

TITLE : ANTI-OXIDATIVE COATING OF
CARBONACEOUS MATRIX



ABSTRACT : PURPOSE: To apply an oxidation-resistant coating provided with good environmental stability, high strength, high toughness, etc., to the surface of a carbonaceous matrix by forming a platinum layer on the surface of the carbonaceous matrix used for the outer wall of a space equipment and subsequently subjecting the formed platinum layer to a siliconizing treatment.

CONSTITUTION: A pasty platinum coating is coated on the surface of a carbonaceous matrix 1 (e.g. C/C composite) used for the outer wall of a space equipment, etc., heated in an inert gas atmosphere for the evaporation of a solvent, etc., and subsequently sintered to form a platinum layer 2. The formed platinum layer is subjected to a siliconizing treatment comprising a diffusion-thermal treatment in a mixture powder of silicon, silicon carbide and alumina to form a platinum silicide layer 2a in which the silicide is made to diffuse into the platinum layer 2. The silicide further diffuses into the carbonaceous material 1 through the platinum layer 2 to form a silicide diffusion layer 3, thus applying the oxidation-resistant coating to the carbonaceous matrix 1. Thereby, the generation of cracks caused by thermal stresses or mechanical deformations can be prevented, because the platinum silicide layer 2a has an excellent thermoplastic deformation constant.

COPYRIGHT: (C)1993,JPO&Japio

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-117066

(43) 公開日 平成5年(1993)5月14日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 41/90	B	6971-4G		
B 2 2 F 1/00	E			
C 0 4 B 35/52	G			
41/89	K	6971-4G		
C 2 3 C 10/02		8116-4K		

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全 4 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平3-275641

(22) 出願日 平成3年(1991)10月23日

(71) 出願人 000000099

石川島播磨重工業株式会社

東京都千代田区大手町2丁目2番1号

(72) 発明者 富澤 幸雄

東京都江東区豊洲三丁目1番15号 石川島

播磨重工業株式会社技術研究所内

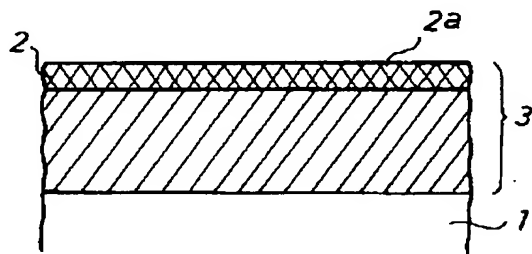
(74) 代理人 弁理士 絹谷 信雄 (外1名)

(54) 【発明の名称】 炭素系母材の耐酸化コーティング方法

(57) 【要約】

【目的】 本発明は人工衛星やスペースシャトル等の宇宙機器の外壁等に用いられる炭素系母材の耐酸化コーティング方法に関するものであり、その目的は耐環境安定性及び高強度、高靱性を備えた炭素系母材の耐酸化コーティング方法を提供するものである。

【構成】 本発明は炭素系母材の表面にペースト状の白金を塗布し、これを焼結して白金層を形成した後、シリコンとシリコンカーバイドとアルミナの混合粉末中で拡散熱処理によってシリコナイズ処理を行い、炭素系母材に珪素を浸透させて白金珪化物層と珪化物拡散層を形成したことを特徴としている。



1…炭素系母材
2…白金層
2a…白金珪化物層
3…珪化物拡散層
4…セラミック層

【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭素系母材の表面にペースト状の白金を塗布し、これを焼結して白金層を形成した後、シリコンとシリコンカーバイドとアルミナの混合粉末中で拡散熱処理によってシリコナイズ処理を行い、炭素系母材に珪素を浸透させて白金珪化物層と珪化物拡散層を形成したことを特徴とする炭素系母材の耐酸化コーティング方法。

【請求項2】 炭素系母材の表面に、シリコンとシリコンカーバイドとアルミナの混合粉末中で拡散熱処理によってシリコナイズ処理を行い、珪素を浸透させて珪化物拡散層を形成した後、該珪化物拡散層の表面に、ほう化物と酸化物等を混合したセラミック粉末ペーストをコーティングして、セラミック層を形成し、該セラミック層を大気中で焼結したことを特徴とする炭素系母材の耐酸化コーティング方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は人工衛星やスペースシャトル等の宇宙機器の外壁等に用いられる炭素系母材に係り、特に、耐環境安定性及び高強度、高靱性を有する炭素系母材の耐酸化コーティング方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 一般に、人工衛星やスペースシャトル等の宇宙機器の外壁に用いられる炭素系母材は耐環境安定性及び高強度、高靱性が要求されるため、各種表面処理が施されている。従来の処理方法としては炭素系母材の表面をシリコナイズ処理した後、TEOS（テトラオルソシリケートシーリング材）の塗布を行ったり、ボロン系ガラスを溶融状態でどぶ付け又はスプレーし、CVD（Chemical-Vapor-Deposition）法によってTiC+SiCのコーティングを施している。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 ところで、シリコナイズ処理を行った後塗布するTEOSやボロン系ガラスはガラス系のため、高温ではシリコナイズ層の割れ目に浸透してシーリングを行うが蒸発して気化しやすく、寿命が短いものであった。また、500～800℃程度の低温ではTEOSが脆くなり、シーリングができず、酸化減肉が生じてしまう欠点があった。さらに、熱応力の影響によりTiCが割れ目が生じた場合、SiCは酸化を防止することができないため、酸化腐蝕が進行してしまうといった問題点があった。

【0004】 そこで、本発明はこれらの問題点を有効に解決するために案出されたものであり、その目的は耐環境安定性及び高強度、高靱性を有する炭素系母材の耐酸化コーティング方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するため第一の発明は炭素系母材の表面にペースト状の白金を塗布し、これを焼結して白金層を形成した後、シリコンとシリコンカーバイドとアルミナ等の混合粉末中で拡散熱処理によってシリコナイズ処理を行い、炭素系母材に珪素を浸透させて白金珪化物層と珪化物拡散層を形成したものであり、第二の発明は炭素系母材の表面に、シリコンとシリコンカーバイドとアルミナ等の混合粉末中で拡散熱処理によってシリコナイズ処理を行い、珪素を浸透させて珪化物拡散層を形成した後、該珪化物拡散層の表面に、ほう化物と酸化物等を混合したセラミック粉末ペーストをコーティングして、セラミック層を形成し、該セラミック層を大気中で焼結したものである。

【0006】

【作用】 上述したように、第一の発明では炭素系母材の表面に白金層を形成し、この白金層をシリコナイズ処理して、白金珪化物層とすることによって、炭素系母材の高温酸化を防止し、耐環境安定性を大巾に向上することができる。また、この白金珪化物層は従来の珪化物拡散層のみに比較して塑性変形率が優れているため、熱応力あるいは機械的変形による割れの発生を未然に防止することができる。また、第二の発明では炭素系母材をシリコナイズ処理を行って珪化物拡散層を形成すると共に、その表面にセラミック層を形成するようになっているため、第一の発明と同様に炭素系母材の高温酸化を防止し、耐環境安定性を大巾に向上することができる。また、本発明は第一の発明のように高価な白金を使用しないため、高温酸化の防止、耐環境安定性といった点では安価に製造することができる。

【0007】

【実施例】 次に、本発明の好適実施例を説明する。

【0008】 図1は第一の発明方法によって形成された炭素系母材の表面付近を示した部分断面図である。図示するように、本発明はC/Cコンポジット、等方性黒鉛材などの炭素系母材1の表面に白金層2を形成し、さらにこの白金層2から炭素系母材1の表面のある程度の深さに渡って珪化物が浸透拡散した珪化物拡散層3を形成したものである。

【0009】 次に、本発明の製造工程について詳述する。

【0010】 本発明の製造工程は①白金層の形成工程と、②白金層の焼成工程と、③シリコナイズ工程の3つに分類される。

【0011】 ①白金層の形成工程

被処理炭素系母材1の表面にペースト状の白金を塗布して、白金層2を形成する。塗布方法はスクリーン印刷法で行い、その塗布厚さは約10～20μmとする。

【0012】 ②白金層の焼成工程

白金層2を形成したならば、次に、これを粗真空状態とした後、アルゴン置換雰囲気中で上記ペースト状の白金

3

層2を加熱し、これに含まれている溶剤及び気化成分を気化させて焼結状態とし、白金層2を焼成する。

【0013】③シリコナイズング工程

次に、白金層2が焼成されたなら、シリコン+シリコンカーバイド+アルミナ粉末中でシリコナイズング処理を行い、図1に示すように、白金層2に珪化物を浸透させて白金珪化物層2a(Pt-Si層)を形成する。また、このシリコナイズング処理によってこれら珪化物はさらに白金層2から炭素系母材1側に浸透し、約100~500μmの厚さの珪化物拡散層3(SiC層)を形成する。

【0014】以上のように、本発明は炭素系母材1の表面に予め白金層2を形成し、この白金層2をシリコナイズング処理して、白金層2を白金珪化物層2aとすることによって、炭素系母材1の高温酸化を防止し、耐環境安定性を大巾に向上することができる。また、この白金珪化物層2a(Pt-Si層)は従来の珪化物拡散層3(SiC層)のみに比較して塑性変形率が優れているため、熱応力あるいは機械的変形による割れの発生を未然に防止することができる。

【0015】次に、第二の発明について説明する。

【0016】図2は第二の発明方法によって形成された炭素系母材の表面付近を示した部分断面図である。図示するように、本発明は炭素系母材1の表面から内部に珪化物が浸透した珪化物拡散層3を形成し、炭素系母材1の表面にほう化物と酸化物の混合したセラミック粉末ペーストをコーティングしてセラミック層4を形成したものである。尚、図中5は珪化物拡散層3の欠陥部を示したものである。

【0017】次に、本発明の製造工程について詳述する。

【0018】先ず、炭素系母材1をシリコン+シリコンカーバイド+アルミナ粉末中でシリコナイズング処理を行い、図2に示すように、炭素系母材1の表面にこれら珪化物を浸透させて約100~500μmの厚さの珪化物拡散層3(SiC層)を形成する。次に、Hfおよび

4

Zrのほう化物および酸化物を単独又は混合させた微粉末とB₂O₃(酸化ほう素)粉末を水ガラス又はニクロプレーズでペースト状にし、上記珪化物拡散層3の表面に0.3~0.5mm程度の厚さに刷毛塗りする。この時、セラミック粉末ペーストが珪化物拡散層3の欠陥部5をシーリングすることになる。そして、この炭素系母材1を大気中で600~800℃で加熱して珪化物拡散層3の割れやポロシティ中に溶融酸化ほう素を浸透させ、さらに大気中で1000~1200℃で加熱してセラミック粉末ペースト中の揮発性成分飛散させると共に、これを焼結してHf、Zn、Cr等のセラミック層4を形成する。

【0019】以上のように、本発明は炭素系母材1をシリコナイズング処理を行って珪化物拡散層3を形成すると共に、その表面にセラミック層4を形成するようになっているため、第一の発明と同様に炭素系母材1の高温酸化を防止し、耐環境安定性を大巾に向上することができる。また、本発明は第一の発明のように高価な白金を使用しないため、高温酸化の防止、耐環境安定性といった点では安価に製造することができる。

【0020】

【発明の効果】以上要するに本発明によれば、炭素系母材表面の耐酸化性、耐環境安定性及び強度、靱性を大巾に向上させることができるといった優れた効果を有する。

【図面の簡単な説明】

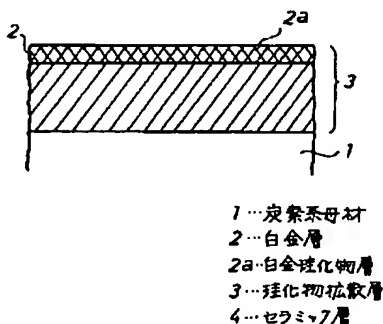
【図1】第一の発明の一実施例を示す部分拡大断面図である。

【図2】第二の発明の一実施例を示す部分拡大断面図である。

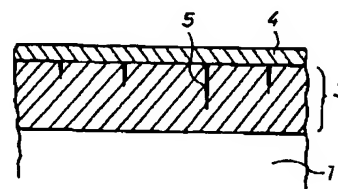
【符号の説明】

- 1 炭素系母材
- 2 白金層
- 2a 白金珪化物層
- 3 珪化物拡散層
- 4 セラミック層

【図1】



【図2】



(4)

特開平5-117066

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁵

C 2 3 C 10/44

10/60

C 2 3 D 3/00

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

8116-4K

8116-4K

D 8116-4K